



二次元回折強度分布の解析による結晶粒径評価

井田隆^{1,2}, 尾野翔器¹, 八反大貴¹, 和智健人¹

1 名古屋工業大学先進セラミックス研究センター

2 あいちシンクロトロン光センター

1. 背景と研究目的

我々は結晶性粉末試料をステップ回転させながら回折強度測定をし、観測される強度データに対して統計解析を施すことにより、5 ~ 50 μm のオーダーの結晶粒径を評価することが可能であることを示した [1]。さらに軌道放射光とキャピラリ試料を用いた測定では結晶粒径分布評価も可能であることを明らかにした [2]。しかしゼロ次元検出器を用いた場合、結晶粒径分布評価のために典型的には 2 h 程度の時間がかかり、測定の迅速化が求められていた。本実験では二次元検出器を利用することによって、結晶粒径分布評価に必要な時間を短縮することが可能であるか調査した。

2. 実験内容

ブラジル産高純度石英を粉碎し、沈降法により名目的なストークス径 (a) 3-7 μm , (b) 8-12 μm , (c) 18-22 μm の3種の石英粉末試料を得た。直径 0.1 mm の Lindemann ガラスキャピラリに充填し、静止した状態と揺動させた状態で測定を行った。BL5S2 ビームラインにてX線波長 1.0 \AA 設定とし、石英の 101/011 反射が記録される位置に二次元検出器 (Dectris, PILATUS-100K) を設置して回折強度を記録した。カメラ長は 340 mm とした。

3. 結果および考察

粉末試料 (a), (b), (c) を静止した状態で撮影された回折像(対数コントラスト)を Fig. 1 に示す。これらの回折像には、結晶粒が粗くなるほどデバイ・シェラー環の連続性が失われていく傾向が明瞭に現れている。このことは、デバイ・シェラー環に沿った強度変動について解析を実施することにより、結晶粒サイズに関する情報が得られることを示している。しかし一方で、特に結晶粒の粗い試料 (c) の回折図形については極端にスポッティーな特徴が表れており、サイズ分布評価に必要な十分な数の統計学的に独立な強度データを得ることが困難な状況になっていると推定される。試料を揺動させることでこのような状況を回避することが可能であることも確認されたが、最適な測定条件を導くためにはさらに装置スタディーを進める必要がある。

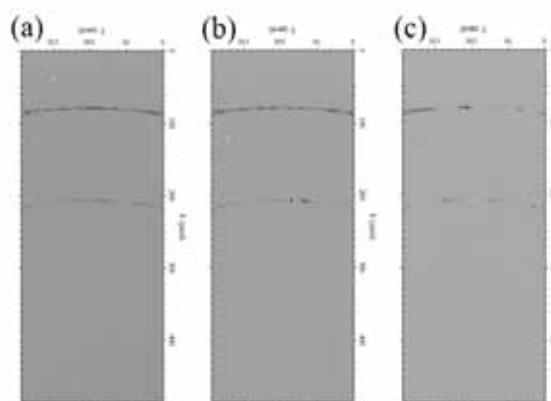


Fig. 1 Diffraction figures from quartz powder (a), (b) and (c)

4. 参考文献

1. T. Ida, T. Goto & H. Hibino, *J. Appl. Cryst.*, **42**, 597–606 (2009).
2. T. Ida, *J. Appl. Cryst.*, **44**, 911–920 (2011).